

AÑO 1958

Expediente núm.



245457

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCION

## MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCION por DIEZ años, en España

a favor de

LENZ & USINES ELECTRIQUES ET CHIMIQUES de nacionalidad  
SOCIETE ANONYME,  
SUIZA domiciliado en Gampe, Basilea, Suiza.  
calle de

núm.

por:

UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR UNA SOLUCION ACUOSA DE UREA

Nº 11042

Agente Sr. ELZABURU

101 1 DIC. 1958

P - 17.563

IP 652 "Oelabscheidung"



1 DIC. 1958

2 45457

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

en

E S P A Ñ A

por DIEZ Años

a nombre de L O N Z A USINES ELECTRIQUES ET CHIMIQUES SOCIETE ANONYME, entidad suiza, establecida en Gampel, Basilea, Suiza, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR UNA SOLUCION ACUOSA DE UREA"

---

La presente invención se refiere a la fabricación de urea en forma purificada. Más particularmente, la invención se refiere a un método perfeccionado para purificar y cristalizar urea partiendo de sus soluciones acuosas.

5 Es bien sabido que, cuando el amoniaco y el dióxido de carbono, o compuestos de los mismos, tales como carbonato amónico, bicarbonato amónico, carbamato amónico y análogos, se someten a temperaturas elevadas en un sistema cerrado, se originan presiones elevadas y se forma urea. Por ejemplo, se ha realizado la  
10 síntesis de urea a presiones del orden de unas 200-350 atmósfe-



958

2 45457

ras en un autoclave mantenido a temperaturas de 160-220° C. Durante la reacción de síntesis, el amoníaco y el dióxido de carbono se combinan primeramente con desprendimiento de calor formando carbamato amónico que, a la temperatura de la reacción, se va transformando lentamente en urea y agua. La mezcla que sale de la reacción contiene, además de urea y agua, residuos sin combinar de los materiales de partida y carbonato, bicarbonato y carbamato amónicos. El agua formada durante la deshidratación del carbamato amónico se condensa debido a la presión que reina y constituye, un absorbente para la úrea.

Se ha venido utilizando como procedimiento usual el tratamiento del efluente acuoso del autoclave, de tal modo que se recuperan el amoníaco y el dióxido de carbono que no han reaccionado, y se vaporiza y elimina el agua de manera que resulta una urea sólida relativamente pura. Estos procedimientos de evaporación completa que se han venido utilizando hasta ahora no dan resultados satisfactorios desde el punto de vista económico, a causa de que la masa cristalina dura resultante debe triturarse para obtener sólidos de forma y tamaño prácticos. Además, la evaporación de agua a partir de una solución de urea desgasificada para obtener una forma de urea sólida muy concentrada, o fusión de urea, ha hecho que las impurezas de la solución permanezcan en la urea obtenida. Estas impurezas se introducen generalmente en los sistemas de la síntesis de urea y en los sistemas de tratamiento de la solución de síntesis de dos maneras. Los gases de alimentación reaccionantes (amoníaco y dióxido de carbono) constituyen una primera fuente de impurezas, puesto que estos gases nunca tienen una pureza de 100 %. La segunda fuente importante de impurezas es la instalación misma de síntesis y de tratamiento de la fusión de síntesis. Las vasijas de presión,



D.C. 1954

2 45457

tuberías, bombas, compresores y válvulas son una fuente constante de contaminaciones entre las que figuran los aceites minerales, grasas, metales y sales metálicas.

5 Se han realizado intentos para llevar a cabo la cristalización únicamente hasta el punto de producir una papilla cristalina fluida, separar después los cristales de las aguas madres contaminadas y reciclar las aguas madres a la nueva solución para una cristalización parcial continua. Este procedimiento da lugar a una acumulación continua de impurezas en las aguas madres recicladas y, al cabo de un corto período, hay que desechar las aguas madres por estar excesivamente impurificadas. Los intentos para depurar las aguas madres recicladas, por ejemplo, con filtros colocados entre el aparato de separación y el de cristalización, han sido ineficaces porque muchas de las impurezas están en forma líquida, y no sólida y, por lo tanto, no son retenidas por los filtros. Análogamente, las impurezas sólidas pueden ser de un carácter tan pequeño que pasen a través de los filtros. Cuando puede fabricarse como producto secundario un producto de urea de mala calidad, las aguas madres, enriquecidas con impurezas, pueden utilizarse por un tratamiento separado, por ejemplo, por cristalización.

10

15

20

Es un objeto de la presente invención proporcionar un método nuevo y mejorado para el tratamiento de soluciones de urea sintética en el que el contenido de impurezas indeseables del producto se rebaja de modo considerable.

25

Otro objeto de la invención es procurar un método económico para separar las impurezas de los reaccionantes y de la instalación a partir de una solución de síntesis de urea que puede posteriormente utilizarse como producto de urea líquido prácticamente puro, o puede tratarse para obtener una forma

30



1030

2 45457

sólida de urea prácticamente pura.

Otro objeto más de esta invención es proporcionar un procedimiento de purificación de una solución de urea en el que puede emplearse un líquido de urea prácticamente exento de impurezas, directamente, o bien puede reciclarse con un reciclado de aguas madres exentas de impurezas, con lo cual las aguas madres pueden utilizarse de nuevo de modo continuo al mismo tiempo que se obtiene un producto cristalino puro.

Otros objetos y ventajas de la invención se deducirán de la descripción que sigue.

De acuerdo con la presente invención los objetos anteriores se realizan por el descubrimiento de que, separando la solución de síntesis de urea mientras está relativamente caliente y exenta de cristales, se separan con facilidad prácticamente todas las impurezas contenidas en la misma, sin pérdida de urea, después de lo cual el licor de urea libre de impurezas puede cristalizarse con reciclado de aguas madres exentas de impurezas, continuo, o puede enfriarse y utilizarse directamente o convertirse en gránulos o aglomerados. En todo caso, el producto, ya esté en forma sólida o en forma líquida, está libre de impurezas y no se origina acumulación de contaminaciones en el sistema. Resulta sorprendente que las impurezas contenidas en la solución de urea tengan propiedades físicas muy diferentes de las de la solución de urea sintética, por lo cual, las que tienen un peso específico menor que la solución de urea se eliminan de la solución separada, mientras que las de peso específico mayor se acumulan en forma de torta en el separador. Alimentando la solución de urea al separador en estado relativamente caliente, no hay cristalización de la solución en el mismo.

2 4543 7



La invención se describe además con referencia al dibujo que se adjunta, que ilustra una realización preferida de aparato para poner en práctica los objetos de la invención.

5 Con referencia, al dibujo, una solución de urea desgasificada U, que contiene impurezas, se carga en un separador líquido-líquido-sólido 1. Este separador puede ser una centrífuga y, según se representa, está constituido en primer lugar por una caja la y una cesta rotatoria 2 soportada para girar sobre un cilindro centrado 3, que puede contener también hélices u otros  
10 medios para eliminar los contaminantes de bajo peso específico. Durante el funcionamiento, las impurezas que tienen un peso específico menor que la solución de urea se acumulan en el centro del separador y son extraídas, mientras que las impurezas de mayor peso específico que la solución de urea se separan de la  
15 solución y se acumulan en forma de una torta 2a en la cesta 2. Las impurezas de peso específico bajo, por ejemplo aceite o grasa, se retiran del separador por la tubería 4. La solución purificada, que ha quedado libre de cristales de urea, al abandonar el separador puede pasar a cristalizadores 5 y/o 5a a través de la tubería 6 o puede tratarse de cualquier otra forma conocida para formar una solución de urea del contenido de agua deseado. Cuando hay que cristalizar la solución (según se representa), se carga alternativamente en los cristalizadores donde se evapora durante el mezclado constante, de manera que se produzca una papilla de aguas madres y cristales. Esta papilla se  
25 carga luego alternativamente por las tuberías 7a ó 7b y la tubería 7 a la centrífuga 8, donde las aguas madres y los cristales se separan y salen a través de las tuberías 9 y 10, respectivamente. El producto de urea cristalino de la tubería 10 puede  
30 llevarse por el transportador 11 a un secadero (que no se repre-



45457

5 senta) mientras que las aguas madres contenidas en la tubería 9, se calientan a una temperatura adecuada en el cambiador de calor 12, después de lo cual se reciclan por la tubería 13 hasta el mezclador 14, donde se juntan las aguas madres recicladas y la solución de urea desgasificada fresca U para introducción a través de la tubería 15 en el separador 1.

10 El reciclado de aguas madres que es mezclado con solución de urea fresca antes de la separación, proporciona diversas y natas ventajas. Las aguas madres recicladas están normalmente menos concentradas y, por tanto, pueden estar a una temperatura baja con relación a la urea fresca y tienen menos tendencia a la formación de biuret. Al mezclar el reciclado y urea fresca, la temperatura mayor de la solución fresca o nueva se rebaja inmediatamente, con lo que se asegura una menor formación de biuret. Asimismo, al proporcionar soluciones de urea reciclada 15 y fresca mezcladas, se origina una solución combinada de menor viscosidad, de la cual pueden separarse más fácilmente las impurezas. Por otra parte, no se forman cristales en el sistema antes de la cristalización para obtener urea sólida, de manera 20 que no pueden producirse obstrucciones del aparato ni pérdidas de urea durante la separación. A esto hay que añadir todavía que la provisión del reciclado de aguas madres hasta un punto anterior a la separación de la solución de urea fresca asegura que la totalidad de la urea separada y solamente urea separada 25 (purificada) pasa a los cristalizadores.

Aun cuando el modo de aplicación de la invención puede variar dentro de amplios límites, particularmente en lo que se refiere a la disposición de la solución de urea purificada para formar un producto de urea sólido o líquido, el ejemplo siguiente describe el funcionamiento del procedimiento en un apa- 30

2 45457



rato diseñado prácticamente como se ha descrito e incorporado en una instalación real de cristalización de urea. En el ejemplo, las partes se refieren a peso.

EJEMPLO

5           Se mezcla una solución acuosa de 80 partes de urea y 20 partes de agua (80% de urea) a 100° C. (temperatura de cristalización de 80° C.) que contenga impurezas de síntesis, con aguas madres de reciclado que contengan 130 partes de urea y 70 partes de agua (65 % de urea), con una temperatura de 50° C. La  
10 solución mezclada (210 partes de urea y 90 partes de agua) (70 % de urea) se introduce en un separador de tipo centrífugo en el que se separan prácticamente la totalidad de las impurezas líquidas y sólidas de la solución. La solución pura resultante (temperatura de cristalización de 58° C.) se cristaliza parcialmente  
15 en un cristizador del tipo de evaporación, con lo cual la papilla que sale del cristizador está constituida por 80 partes de cristales de urea, 130 partes de líquido de urea y 70 partes de agua. La papilla de aguas madres y urea cristalina se separa luego con las aguas madres retornando el sistema como  
20 solución de urea reciclada. Durante el funcionamiento continuo del procedimiento no se aprecia acumulación mensurable de impurezas en las aguas madres recicladas y los cristales acusan una turbidez máxima de 20 ppm., calculada según el ensayo corriente A.P.H.A.

25           Las ventajas de la separación de impurezas a partir de una solución de urea fresca y aguas madres de urea combinadas, a una temperatura por encima de la temperatura de cristalización antes de cualquier cristalización en el proceso de esta invención así como el reciclado de aguas madres puras según se ha  
30 descrito arriba se deducirán del ejemplo anterior.

45457



Se sobrentenderá que pueden introducirse varias modificaciones en la invención descrita arriba sin apartarse por ello del alcance de la misma según se define en las reivindicaciones que se dan a continuación.

5

#### NOTA

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

10

1ª. - Un procedimiento para purificar una solución acuosa de urea que contenga impurezas en suspensión productoras de turbiedad de peso específico relativo mayor y menor y cristalización de la solución purificada, que incluye el perfeccionamiento que comprende mezclar dicha solución acuosa impura de urea con una solución de urea prácticamente pura; separar por gravedad dichas impurezas suspendidas desde la citada solución mixta, manteniendo la mencionada solución mixta en un estado libre de cristales durante la citada separación; cristalizar parcialmente la mencionada solución mixta purificada formando así una papilla de aguas madres y cristales de urea; separar dichos cristales de las mencionadas aguas madres y hacer pasar dichas aguas madres sin nueva cristalización a la mencionada solución impura acuosa de urea para mezclar con ella en calidad de la citada solución de urea prácticamente pura.

15

20

25

2ª. - Un procedimiento para purificar una solución acuosa de urea que contiene impurezas suspendidas productoras de turbiedad de peso específico relativo mayor y menor y cristalizar la solución purificada, que incluye el perfeccionamiento que comprende mezclar dicha solución acuosa impura de urea con una solución de urea prácticamente pura; separar por centrifugación

30



2 45457

las citadas impurezas suspendidas de la mencionada solución mixta manteniendo dicha solución mixta en un estado exento de cristales durante la citada separación; cristalizar parcialmente la mencionada solución mixta purificada formando así una papilla de aguas madres y cristales de urea; separar dichos cristales de las citadas aguas madres y hacer pasar las mencionadas aguas madres sin nueva cristalización a la citada solución acuosa impura de urea para su mezcla con ella en calidad de la citada solución de urea prácticamente pura.

5

10           3º. - Un procedimiento para purificar una solución acuosa de urea que contiene impurezas suspendidas productoras de turbiedad de peso específico relativo mayor y menor y cristalizar la solución purificada que incluye el perfeccionamiento que comprende mezclar dicha solución acuosa impura de urea con una solución de urea prácticamente pura; separar por centrifugación dichas impurezas suspendidas de la citada solución mixta, manteniendo la mencionada solución mixta en un estado exento de cristales y a una temperatura justamente por encima de su temperatura de cristalización durante la citada separación; cristalizar parcialmente dicha solución mixta purificada formando así una papilla de aguas madres y cristales de urea; separar los citados cristales de las mencionadas aguas madres y hacer pasar dichas aguas madres sin nueva cristalización a la citada solución acuosa impura de urea para su mezcla con ella en calidad de la mencionada solución de urea prácticamente pura.

15

20

25

4º. - Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 14 en el que la relación de solución acuosa impura fresca de urea a aguas madres mezcladas está comprendida aproximadamente entre 5:1 y 1:5.

30           5º. - Un procedimiento para purificar una solución acuosa de urea que contenga impurezas suspendidas productoras de tur-

2 45457



biedad de peso específico relativo mayor y menor y cristalizar la solución purificada que incluye el perfeccionamiento que comprende mezclar dicha solución acuosa impura con una solución de urea prácticamente pura que tiene una concentración menor de urea que la citada solución impura; someter dicha solución mixta sin 5 cristalización y a una temperatura justamente por encima de su temperatura de cristalización a separación por gravedad con lo cual se separan las impurezas citadas de la mencionada solución mixta; cristalizar parcialmente dicha solución mixta purificada 10 formando así una papilla de aguas madres prácticamente puras y cristales de urea prácticamente puros; separar los mencionados cristales de dichas aguas madres como producto de urea sólido y hacer pasar las citadas aguas madres sin nueva cristalización y a una temperatura justamente por encima de su temperatura de 15 cristalización a dicha solución acuosa impura de urea para su mezcla con la misma en calidad de dicha solución de urea prácticamente pura.

6ª. - Un procedimiento para purificar una solución acuosa de urea.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

5 DIC 1858

P. A.

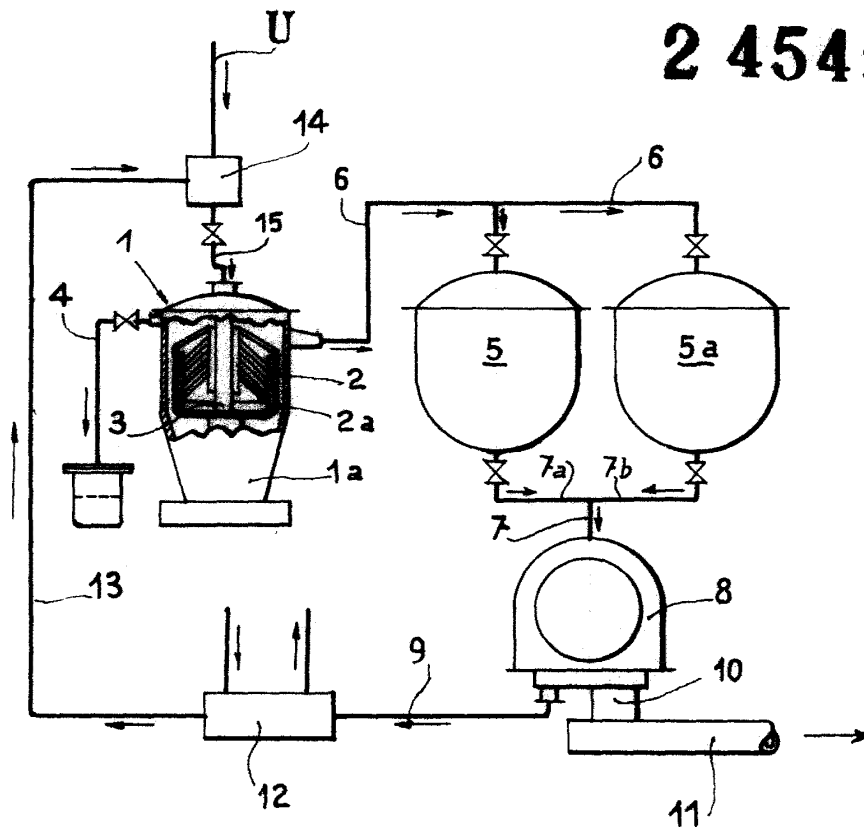
Ministro de Hacienda  
Por Poderes

ESCALA VARIABLE L O N Z A USINES ELECTRIQUES ET CHIMIQUES  
SCOEITE ANONYME

I/I



2 45457



*[Handwritten signature]*  
Escuela de Ingenieros  
Montevideo